

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **62101641 A**

(43) Date of publication of application: **12.05.87**

(51) Int. Cl.

C08L 21/00
C08K 3/04

(21) Application number: **60241371**

(22) Date of filing: **30.10.85**

(71) Applicant: **TOKAI CARBON CO LTD**

(72) Inventor: **NAKADA TOSHIO**
MISONO SHINJI

(54) **RUBBER COMPOSITION**

(57) Abstract:

PURPOSE: To improve resistance to wear and fatigue so as to be suited for use as a rubber compsn. for tire treads, by blending a rubber component with furnace black having specified physical properties.

CONSTITUTION: 100pts.wt. rubber component is

blended with 20W120pts.wt. furnace black contg. not more than 0.1% microspherical carbide having a particle size of 1 μ or above. Furnace black together with other rubber compounding ingredients can be blended and kneaded with natural rubber or various synthetic rubber by any of conventional methods.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-101641

⑬ Int. Cl.⁴

C 08 L 21/00
C 08 K 3/04

識別記号

KCT
CAM

庁内整理番号

A-6714-4J

⑭ 公開 昭和62年(1987)5月12日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 ゴム組成物

⑯ 特 願 昭60-241371

⑰ 出 願 昭60(1985)10月30日

⑱ 発 明 者 仲 田 俊 夫 愛知県知多郡武豊町字上山ノ田104

⑲ 発 明 者 味 曾 野 伸 司 愛知県知多郡武豊町字上山ノ田104

⑳ 出 願 人 東海カーボン株式会社 東京都港区北青山1丁目2番3号

㉑ 代 理 人 弁理士 高畑 正也

明 細 書

1. 発明の名称

ゴ ム 組 成 物

2. 特許請求の範囲

1 μ 以上の微小球状炭化物の含有率が0.1%以下、窒素吸着比表面積が70 π^2/g 以上およびpHが5.0以上であるファーネスブラックを、ゴム成分100重量部に対して20~120重量部の割合で配合してなることを特徴とするゴム組成物。

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は、タイヤトレッド用として有用な高度の耐摩耗性ならびに耐疲労性を有するゴム組成物に関する。

「従来の技術」

ゴム補強用として使用されるファーネスブラックは、その特性に対応して多様の品種があり、その用途目的に応じて適宜選定して使用に供されている。例えば、タイヤトレッド部位に使用される

高度の耐摩耗性や耐疲労性が要求される用途分野においては、平均粒子径が小さく大きな比表面積を有し、適度に格付けされたストラクチャーをもつファーネスブラックが適用されている。

近年、タイヤの高速化走行条件の多様化に伴ないタイヤトレッド部位の耐摩耗性や耐疲労性などの機能特性も、より高度の性能が要求されてきている。

一般に、ファーネスブラックは平均粒子径、比表面積、吸油量などの基本特性に基づいてゴム成分中に配合した場合の諸性能が決定されるが、これら基本特性のみを評価因子として把握し規制することにより、上記高度の耐摩耗性や耐疲労性を付与することは限界がある。そこで、ファーネスブラックの物理化学的コロイダル特性を、よりミクロ的な立場から把握して適確に評価する必要性が生じ例えば、粒子凝集構造の形態、大きさの分布など多様なパラメーターを用いて多面的な評価が行われている。

「発明が解決しようとする問題点」

しかしながら、ファーネスブラックの複雑な物理化学的コロイダル特性をミクロ的な面から適確に把握し評価することは容易ではなく、またこれらの評価特性とゴム組成物の諸特性との関連性も未だ必ずしも充分解明されるに至っていない。

本発明は、上記物理化学的コロイダル特性とは別の観点から高度の耐摩耗性や耐疲労性を有するゴム組成物を提供することを目的とするものである。

「問題点を解決するための手段」

すなわち、本発明は 1μ 以上の微小球状炭化物の含有率が0.1%以下、窒素吸着比表面積が $70\text{ m}^2/\text{g}$ 以上およびpHが5.0以上であるファーネスブラックをゴム成分100重量部に対して20～120重量部の割合で配合してなることを構成的特徴とするゴム組成物である。

ファーネスブラックは、燃料油を燃焼して形成した燃焼ガスの高温擾乱気流中に原料炭化水素油を噴射して、熱分解反応により生成する。原料炭化水素油は、複雑な重縮合反応を経てファーネス

なされたものである。

この微小球状炭化物は、ファーネスブラックを界面活性剤を含む水溶液中に混合させたのち、例えば超音波を用いて十分に分散させ、次いで遠心分離法により沈降分離して除去することができる。ファーネスブラックは遠心沈降分離後の分散液から回収することができ、不活性ガス雰囲気下あるいは減圧下に熱処理して残留する界面活性剤を分解揮散することにより調製される。また、微小球状炭化物の分析および定量は分散液の一定量を採取してこれをニュークリポアーメンブレンフィルター(野村マイクロサイエンス社製)を用いてろ過し、フィルター上の残渣を秤量して算出することができる。

上記ファーネスブラックは、窒素吸着比表面積が $70\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることが必要である。 $70\text{ m}^2/\text{g}$ を下回る場合にはファーネスブラック基本特性本来の性能不足のためゴム組成物に十分な耐摩耗性を付与することができない。なお窒素吸着比表面積はASTM D 3037-78 "Standard

ブラックに転化するが、この際アスファルテン等重質油成分が高分子状に重縮合し微小球状の炭化物を生成する。すなわち、ファーネスブラック生成反応過程において極く一部の高度に、かつ急速に重縮合した高芳香族化合物の液滴が炭化再集合をくり返し強固な微小球状体を形成するものである。この微小球状炭化物は、比較的硬質であり、ゴム成分に配合混練する場合にもほとんど破壊されずに、そのままの状態でゴム成分中に存在する。この微小球状炭化物はゴム成分との結合力が弱いために補強効果がないばかりではなく、種々の機械的力が作用するとその部分が離脱し易く空洞化してそこが破壊点となって機能的諸特性の劣化を招く原因となる。

本発明は、ファーネスブラック中に存在するこの微小球状炭化物の定量およびゴム配合物性への影響を追究した結果、平均粒子径 1μ 以上の球状炭化物の影響が著しく、その含有率を0.1%以下に抑制することによりゴム組成物の機能特性の劣化防止に多大の効果がある事実の発見に基づいて

Methods of Testing Carbon Black — Surface Area by Nitrogen Adsorption" Methods Bによる測定値であり、この方法により測定したIRB #5の値は $80.3\text{ m}^2/\text{g}$ であった。

また、ファーネスブラックのpHが5.0を下回る低pHの領域においては、微小球状炭化物の含有率を抑制しても耐摩耗性の劣化防止に十分な効果を発揮することができない。

このファーネスブラックは、常法により天然ゴムや各種合成ゴムに他のゴム用配合剤とともに配合混練される。この場合、ファーネスブラックをゴム成分100重量部に対して20～120重量部の割合に設定配合する。

「作 用」

本発明は、ファーネスブラック中に存在する微小球状炭化物の大きさおよび含有率を一定限度内に調製したうえでゴム成分中に配合することにより、ゴム組成物中に埋没する微小球状炭化物の大きさならびに数が抑制される。その結果、ゴム組成物中における該炭化物の離脱さらに破壊の進行

が低減し、耐摩耗性や耐屈曲性などの耐疲労性の劣化が効果的に防止される。

「実施例」

ファーネスブラック30gを界面活性剤（日本油脂（株）製ノニオンMN-811）0.02%を含む水溶液12ℓ中に加え、28KHzの超音波振動により充分に分散させた。次いで、この分散液から遠心沈降分離法により4000～4500Gの遠心力を所定時間作用させて微小球状炭化物を分離除去したのち、分散液からファーネスブラックをろ過回収し100mmHgの減圧下に450～500℃で熱処理して試料を調製した。また、ファーネスブラック中の微小球状炭化物の分析は、100mlのファーネスブラック分散液を秤取してこれを100倍に希釈した後ニュークリポアーメンブレンフィルター（野村マイクロサイエンス社製）を用いて孔径1μmのフィルターでろ過し、フィルター上の残渣をマイクロ天秤で秤量して算出した。このようにして調製した各試料の諸特性値を表-1に示した。表-1において、比較例は微小球状

表-1

適用例		発 明 例						比 較 例							
特性 試料No.		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
※1	望素吸着比表面積 (m^2/g)	75	77	118	114	92	95	100	80	72	118	113	90	92	99
	DBP吸油量 ($ml/100g$)	104	105	112	117	120	118	130	102	109	116	108	119	122	131
※2	圧縮DBP吸油量 ($ml/100g$)	92	92	104	105	100	99	99	94	90	105	90	102	100	103
※1	pH	8.0	8.5	7.6	7.2	7.6	7.2	7.5	7.9	7.9	6.9	4.5	7.8	7.8	7.5
	着色力 (%)	100	101	118	114	104	106	105	102	99	114	117	102	105	104
	微小球状炭化物 1 μ 上 (%)	0.08	0.08	0.02	0.08	0.08	0.04	0.02	0.15	0.48	0.17	0.12	0.18	0.40	1.11

(注) ※1 JIS K 5221(1975)「ゴム用カーボンブラックの試験方法」による。

※2 ASTM D 3493-79 "Carbon Black Dibutyl Phthalate Absorption Number of Compressed Sample" による。

炭化物の含有率が本発明で規制する値を越えるものである。

表-1の各試料を、表-2に示す配合比率で天然ゴム成分および合成ゴム成分に配合した。なお、配合はラボプラストミル（東洋精機製作所28-125型）を用いて、バッチ容量45ml、回転数50r.p.mの条件で混練した。

表-2

配 合 成 分 (重量部)	天然ゴム系	合成ゴム系
天 然 ゴ ム (RSS #1)	100	—
スチレンブタジエンゴム(JSR1712)	—	137.5
ファーネスブラック	50	68.75
アロマティックオイル	4.0	—
ステアリン酸	3.0	1.0
酸化亜鉛	5.0	3.0
ジベンゾチアジール・ジスルフィド	1.0	—
ブチル-2-ベンゾチアジール・スルフェンアミド	—	1.38
い お う	2.5	1.75

この配合物を温度145℃で加硫処理して得たゴム組成物について、各種ゴム特性を測定し、その結果を表-1の試料No.と対応させて表-3に示した。

表-3

選 用 例		発 明 例							比 較 例						
試料No.		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
天 然 ゴ ム 組 成 物	特 性														
	硬 度 (JIS Hs)	65	66	68	68	—	—	—	65	66	65	66	—	—	—
	300%モジュラス(kg/cm ²)	140	138	115	117	—	—	—	135	136	117	100	—	—	—
	引張り強さ(kg/cm ²)	264	260	300	290	—	—	—	268	262	285	316	—	—	—
	伸 び (%)	535	540	600	590	—	—	—	560	545	580	640	—	—	—
	摩 耗 量														
	24%スリップ(mm/5分)	0.0777	0.0785	0.0636	0.0648	—	—	—	0.0822	0.0858	0.0720	0.0912	—	—	—
	60%スリップ(mm/分)	0.1108	0.1110	0.1000	0.0842	—	—	—	0.1179	0.1217	0.1058	0.1500	—	—	—
	屈曲亀裂成長 (mm/10 ⁴ cycles)	2.0	2.2	1.8	1.9	—	—	—	3.5	4.8	2.8	1.6	—	—	—
合 成 ゴ ム 組 成 物	硬 度 (JIS Hs)	60	60	66	65	60	61	62	60	60	60	—	60	61	61
	300%モジュラス(kg/cm ²)	104	100	98	103	124	129	123	100	99	96	—	120	125	125
	引張り強さ(kg/cm ²)	253	257	272	268	288	274	290	255	237	265	—	278	270	279
	伸 び (%)	605	610	610	600	580	575	590	600	615	600	—	575	570	570
	摩 耗 量														
	24%スリップ(mm/5分)	0.0940	0.0980	0.0854	0.0870	0.0962	0.0981	0.0942	0.1021	0.1070	0.0890	—	0.1031	0.1057	0.1109
	60%スリップ(mm/分)	0.1621	0.1637	0.1488	0.1518	0.1554	0.1600	0.1538	0.1753	0.1830	0.1600	—	0.1482	0.1728	0.1720
	屈曲亀裂成長 (mm/10 ⁴ cycles)	2.8	2.7	2.3	2.7	5.9	5.9	4.5	4.3	5.2	3.6	—	6.5	7.1	6.0

ゴム特性のうち、摩耗量についてはランボーン
摩耗試験機(機械式スリップ機構)を用い、次の条
件で測定した。

試験片： 厚さ10mm、外径44mm、

エメリーホイール： GCタイプ、粒度80、硬度H、

添加カーボランダム粉： 粒度80メッシュ、

添加量約9g/分、

エメリーホイール面との相対スリップ率：

24%および60%、

試験片回転数： 535r.p.m、

試験荷重： 4kg

その他のゴム特性については、すべてJIS K6301
「一般ゴム試験法」によった。

上記の結果から、本発明の特性要件を充足する
ファーネスブラックを配合したゴム組成物は、対
応する比較例の場合に比べていずれも摩耗量が少
なくかつ屈曲亀裂成長も小さいことが判明する。

「発明の効果」

上記説明で明らかなように、微小球状炭化物の
大きさおよび含有率を特定限度以下に低減した

ファーネスブラックを配合したゴム組成物は耐摩
耗性ならびに耐疲労性が効果的に向上する。した
がって、高度の機能特性を有するゴム組成物とし
て、とくにタイヤトレッド部位に有用することが
できる。

特許出願人 東海カーボン株式会社

代理人 弁理士 高畑正也